

PROCEDE DE FABRICATION DE PATE A PAPIER A PARTIR DE PLANTES LIGNOCELLULOSIQUES ET PATE A PAPIER OBTENUE

Patent number: FR2743579
Publication date: 1997-07-18
Inventor: CASSAT DIDIER
Applicant: E MC2 DEV (FR)
Classification:
- **International:** D21C3/00; D21C1/06
- **European:** D21B1/00; D21B1/36; D21C1/06; D21C5/00
Application number: FR19960000760 19960117
Priority number(s): FR19960000760 19960117

Also published as:

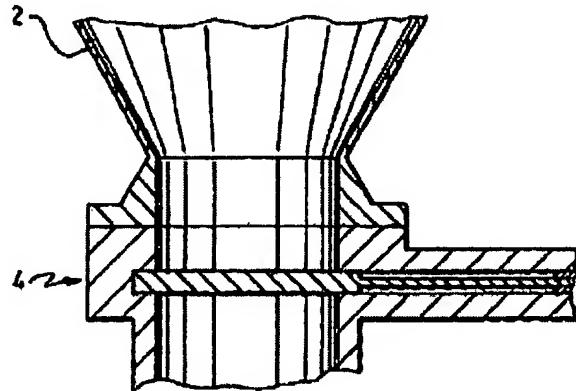
WO9726401 (A1)
EP0874935 (A1)
EP0874935 (B1)

[Report a data error here](#)

Abstract of FR2743579

The invention relates to a process for producing pulp, from raw lignocellulosic material based on annual or perennial plants, or residues of such plants. The process comprises impregnating said raw material with an aqueous soda solution such that the weight proportion of soda is substantially comprised between 3.5 % and 10 % based on the dry material and that the weight ratio of hydration of the cellulosic material after impregnation is at least equal to 40 %, and subjecting the lignocellulosic material thus impregnated to vapocracking which consists in pressurising said material under saturated vapour conditions and producing a sudden expansion through a direct passage valve. The solid fraction which forms the pulp is then separated from the aqueous phase and the hydrosoluble products.

The process yields good quality pulps characterized particularly by a braking length higher than 5500 meters, and having a high lignine ratio (KAPPA index comprises between 60 and 65).



Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE
INSTITUT NATIONAL
DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE
PARIS

(11) N° de publication : **2 743 579**

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

(21) N° d'enregistrement national : **96 00760**

(51) Int Cl⁶ : D 21 C 3/00, D 21 C 1/06

(12)

DEMANDE DE BREVET D'INVENTION

A1

(22) Date de dépôt : 17.01.96.

(30) Priorité :

(71) Demandeur(s) : E MC2 DEVELOPPEMENT
SOCIETE ANONYME — FR.

(43) Date de la mise à disposition du public de la demande : 18.07.97 Bulletin 97/29.

(56) Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule.

(60) Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(72) Inventeur(s) : CASSAT DIDIER.

(73) Titulaire(s) :

(74) Mandataire : BARRE LAFORGUE ET ASSOCIES.

(54) PROCÉDÉ DE FABRICATION DE PÂTE À PAPIER A PARTIR DE PLANTES LIGNOCELLULOSES ET PÂTE A PAPIER OBTENUE.

(57) L'invention concerne un procédé de fabrication de pâte à papier, à partir d'une matière première lignocellulosique à base de plantes annuelles ou pérennes, ou de résidus de ces plantes. Ce procédé consiste à imprégner ladite matière première au moyen d'une solution aqueuse de soude de façon que la proportion pondérale de soude soit sensiblement comprise entre 3% et 10% rapportée à la matière sèche et que le taux pondéral d'hydratation de la matière cellulosique après imprégnation soit au moins égal à 40%, puis à soumettre la matière lignocellulosique ainsi imprégnée à une opération de vapocraquage consistant à mettre en pression celle-ci sous vapeur saturée et à produire une détente brutale. La fraction solide qui constitue la pâte à papier est ensuite séparée de la phase aqueuse et des produits hydrosolubles. Le procédé conduit à des pâtes à papier de bonne qualité bénéficiant en particulier de longueur de rupture supérieure à 5 500 mètres.

FR 2 743 579 - A1



PROCEDE DE FABRICATION DE PATE A PAPIER A PARTIR DE PLANTES
LIGNOCELLULOSES ET PATE A PAPIER OBTENUE

L'invention concerne un procédé de
5 fabrication de pâte à papier à partir de matières premières
lignocellulosiques à base de plantes annuelles ou pérennes.
Par "plante annuelle", on entend dans la suite toute plante
ayant une durée de développement d'environ une année
(coton, chanvre, lin, céréale, canne à sucre, sorgho, ...)
10 ; par "plantes pérennes", on entend des plantes dont le
développement s'étend sur des périodes beaucoup plus
longues (bamboo, roseau, sisal, bois feuillus ou
résineux, ...) ; les matières premières lignocellulosiques
visées par l'invention peuvent contenir les plantes dans
15 leur totalité, ou des parties seulement de ces plantes
(tiges, feuilles, etc...), ou des coproduits de ces plantes
(paille, bagasse...).

On sait qu'il existe à l'heure actuelle
essentiellement quatre types de pâtes à papier obtenues à
20 partir de plantes pérennes ou annuelles :

- pâtes de très basse qualité obtenues avec
des rendements supérieurs à 90 % : pâtes mécaniques,
thermomécaniques et chimicothermomécaniques,
- pâtes de basse qualité obtenues avec des
25 rendements compris entre 80 et 90 % : pâtes
chimicomécaniques ou mécanochimiques,
- pâtes de qualité moyenne obtenues avec
des rendements compris entre 70 et 80 % : pâtes mi-
chimiques,
- 30 - pâtes de bonne qualité obtenues avec des
rendements compris entre 45 et 55 % : pâtes chimiques.

(Par "rendement", on entend de façon
habituelle dans le domaine des pâtes à papier, la
proportion pondérale de pâte obtenue rapportée au poids
35 initial de matière végétale).

Les coûts de fabrication vont en croissant
depuis les pâtes de très basse qualité jusqu'aux pâtes de
bonne qualité, en raison des pertes croissantes de matières

premières, des dépenses croissantes d'énergie sous forme mécanique ou thermique, et de la consommation croissante des produits chimiques utilisés.

Dans le cas des pâtes à papier fabriquées à 5 partir de plantes annuelles, seules les pâtes chimiques présentent de hautes résistances mécaniques correspondant à des longueurs de rupture supérieures ou égales de 5 500 à 6 000 mètres ; dans le cas de pâtes fabriquées à partir de plantes pérennes, certaines pâtes mi-chimiques peuvent 10 atteindre ces valeurs de résistances. On sait que la longueur de rupture représente la longueur d'une bande de largeur quelconque mais uniforme, supposée suspendue par une de ses extrémités, se rompant sous l'effet de son propre poids. Cette longueur de rupture se calcule par la

15 formule $\frac{10^6 \cdot RT}{15g \cdot G}$ où :

- R_T est la résistance à la rupture par traction exprimée en newtons (norme NFQ 03002),
- 20 - G est le grammage de la pâte (masse par m^2) et,
- g est l'accélération de la pesanteur ($9,8 \text{ m/s/s}$).

Il existe par ailleurs des procédés de traitement de plantes en vue de fabriquer à partir de celles-ci des composants d'aliments pour le bétail. Un de 25 ces procédés, dit de vapocraquage, consiste à soumettre la matière première lignocellulosique à une pression et une température élevées (de l'ordre de 20 à 30 bars et de 210° C à 240° C) puis à lui faire subir une brusque décompression en vue de déstructurer le végétal par cette 30 détente explosive et ainsi d'améliorer sa digestibilité. De par sa nature même, un tel procédé conduit à une dégradation importante des matières lignocellulosiques, c'est-à-dire à une rupture importante des fibres due à la brusque détente et une hydrolyse intense des constituants 35 hémicellulosiques et cellulaires de la matière végétale.

Ce procédé de vapocraquage a été proposé pour réaliser des pâtes à papier de très basse ou de basse qualité essentiellement à partir du bois ; les unités expérimentales réalisées permettent de fabriquer ce type de

pâtes avec des rendements supérieurs à 80 %. Dans certaines unités, le vapocraquage est combiné à un traitement au sulfite de sodium Na_2SO_3 et également parfois à la soude avec des teneurs en soude faibles, inférieures ou égales 5 à 2 % (proportion pondérale de soude rapportée à la matière sèche lignocellulosique). Il convient de souligner que le procédé de vapocraquage, qui impose des contraintes mécaniques très élevées à la matière lignocellulosique, réalisant une rupture importante des fibres, paraît a 10 priori incompatible avec l'obtention de pâtes de bonne qualité ayant des longueurs de rupture supérieures ou égales à 5 500 mètres, car l'obtention d'une telle qualité exige que les fibres soient préservées. Ainsi, toutes les 15 propositions d'utilisation du vapocraquage pour réaliser des pâtes à papier se cantonnent à la fabrication de pâtes de très basse ou basse qualité du type purement mécanique ou chimicomécanique.

Il faut noter par exception aux observations ci-dessus que le document : "B.V. KOKTA et 20 al., Cellulose Chem. Technol, 26, 107-123 (1992)" étudie les possibilités d'obtenir une pâte de bonne qualité en utilisant le procédé de vapocraquage ; ce document paraît montrer que cela est possible mais en utilisant une forte proportion de sulfite de sodium (16 %), de sorte que ce 25 procédé est soumis aux défauts des procédés chimiques : grande quantité de produits chimiques utilisés rendant onéreux leur recyclage (au surplus, on sait que le sulfite de sodium pose des problèmes de recyclage particulièrement difficiles à résoudre).

30 A l'heure actuelle, les seuls procédés d'obtention de pâtes de bonne qualité à partir de plantes annuelles (longueurs de rupture supérieures ou égales à 5 500 mètres) sont les procédés chimiques, traditionnels ou dérivés, qui utilisent des proportions très élevées de 35 produits chimiques (en particulier 14 à 18 % de soude pour les procédés chimiques traditionnels et 16 % de sulfite pour le procédé évoqué dans la publication précitée) et qui, pour les procédés traditionnels, présentent de faibles

rendements compris entre 45 % et 55 %. En ce qui concerne les plantes pérennes, certains procédés mi-chimiques permettent d'atteindre ces valeurs mais uniquement avec certains bois (résineux), les performances étant beaucoup plus faibles avec d'autres bois ou avec les plantes annuelles.

La présente invention se propose de fournir un procédé de fabrication de pâte à papier à partir de plantes annuelles ou pérennes, qui conduise à des pâtes de bonne qualité (en particulier longueur de rupture au moins égale à 5 500 mètres) et qui bénéficie d'un rendement de 60 à 70 %, très supérieur au rendement d'obtention des pâtes chimiques de qualité analogue. Elle vise un procédé qui permette d'obtenir ces performances quelle que soit la nature des plantes utilisées.

A cet effet, le procédé de fabrication de pâte à papier conforme à l'invention se caractérise en ce que :

- on imprègne une matière première lignocellulosique à base de plantes annuelles, ou pérennes ou de résidus de ces plantes au moyen d'une solution aqueuse de soude de façon que la proportion pondérale de soude contenue dans ladite matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 3 % et 10 % rapportée à la matière sèche et que le taux pondéral d'hydratation de ladite matière cellulosique après imprégnation soit au moins égal à sensiblement 40 %,

- on soumet ensuite la matière lignocellulosique ainsi imprégnée à un vapocraquage, en réalisant une mise en pression de celle-ci à la vapeur saturée suivie d'une détente brutale,

- et on sépare la fraction solide constituant la pâte à papier, de la phase aqueuse et des produits hydrosolubles.

Le procédé de l'invention est issu de la constatation surprenante suivante : lorsqu'on réalise un vapocraquage de matières lignocellulosiques en présence d'une proportion pondérale de soude comprise entre 3 %

et 10 %, on évite une dégradation des fibres et on préserve la qualité papetière de celles-ci malgré les contraintes élevées subies, et ce, quel que soit le type de plantes (annuelles ou pérennes). On obtient ainsi des pâtes très
5 résistantes de qualité correspondant à celle des pâtes chimiques, avec un rendement très supérieur à celui des procédés chimiques (rendement de l'ordre de 60 à 70 % dans les expérimentations effectuées). L'invention permet ainsi, par rapport aux procédés chimiques traditionnels ou
10 dérivés, d'une part d'obtenir un poids de pâte supérieur rapporté au même poids de matière première lignocellulosique, d'autre part d'utiliser des quantités beaucoup plus faibles de produits chimiques (moins de 10 % de soude) ; ces quantités moindres de soude utilisées
15 représentent un avantage économique essentiel en pratique puisqu'elles conduisent à une réduction considérable des coûts de recyclage de ce produit. Il faut souligner que l'utilisation de la soude représente un avantage essentiel par rapport à d'autres réactifs chimiques utilisés tel que
20 le sulfite, car la soude est, par nature, facile à recycler chimiquement (transformation en carbonate de sodium, incinération et caustification à la chaux).

Les mécanismes par lesquels la soude, en quantité appropriée, vient se combiner au vapocraquage pour
25 réaliser le défibrage tout en préservant la qualité papetière des fibres sont difficiles à expliquer ; les hypothèses suivantes peuvent toutefois être avancées :

1) Une partie de la soude introduite dans les proportions visées réagit avec les acides organiques
30 libérés par hydrolyse des constituants les plus fragiles de la matière sous l'effet de la température. La soude et les acides libérés se neutralisent et le milieu de cuisson reste légèrement basique grâce à la soude n'ayant pas réagi. Le phénomène d'autohydrolyse dans ces conditions de
35 pH basique est inhibé, ce qui se traduit par une augmentation de rendement en pâte et une préservation des fibres de cellulose qui ne sont pas attaquées.

2) La quantité de soude restante (soude

n'ayant pas réagi avec les acides organiques) permet quant à elle une légère solubilisation des hémicelluloses et des lignines qui constituent le liant essentiel entre les fibres de sorte que la matière première imprégnée qui est 5 soumise au vapocraquage présente une élasticité très supérieure à son élasticité d'origine et supporte mieux la brusque détente ; dans ces conditions, cette détente est apte à réaliser une libération des fibres (le taux 10 d'hydratation prévu favorisant cette libération) tout en limitant les ruptures dégradantes de ces dernières. Au contraire, dans les procédés de vapocraquage connus, mis en oeuvre en l'absence de soude ou avec des proportions inférieures ou égales à 2 % (généralement comprises entre 0,5 % et 1 %), la matière première très structurée 15 bénéficie d'une élasticité moindre et subit l'explosion dans des conditions très dommageables pour les fibres.

Le procédé de l'invention peut être mis en oeuvre à partir de plantes, parties de plantes ou mélanges de plantes du groupe suivant :

- 20 - plantes annuelles (coton, chanvre, lin...),
 - pailles de céréales (blé, orge, seigle, avoine, triticale, riz...),
 - plantes pérennes (bamboo, roseau, sisal, feuillu, résineux ...),
 - résidus agricoles (bagasse de canne à sucre, bagasse de sorgho sucrier...).

Le procédé est particulièrement intéressant pour les plantes annuelles, car il permet une excellente 30 valorisation de produits considérés aujourd'hui comme de seconde catégorie, et ce, sans présenter les défauts des procédés chimiques.

De préférence, on réalise un hachage préalable de la matière lignocellulosique de façon à la 35 réduire en fragments de longueur sensiblement comprise entre 0,5 et 15 centimètres. On augmente ainsi la surface spécifique de contact des matières premières avec la soude et la vapeur saturée.

Il semble que l'on obtienne une qualité de pâtes maximale en ajustant les paramètres de la façon suivante :

- proportion pondérale de soude sensiblement comprise entre 4 % et 8 %,
- taux d'hydratation sensiblement compris entre 55 % et 85 %.

Selon un premier mode de mise en oeuvre, l'imprégnation est réalisée par immersion de durée comprise entre 10 et 30 minutes, dans une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 5 et 15 g/l, avec un hydrovolume (poids de solution/poids sec de matière lignocellulosique) sensiblement compris entre 8 et 20. Ce mode de mise en oeuvre conduit à des équipements simples et peu onéreux.

Selon un autre mode de mise en oeuvre, l'imprégnation est réalisée par pulvérisation sur la matière première cellulosique d'une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 10 et 25 g/l en quantité appropriée pour atteindre la proportion pondérale et le taux d'hydratation précités, la matière lignocellulosique subissant un malaxage au cours de ladite pulvérisation.

L'imprégnation peut être réalisée à température ambiante. Une légère augmentation de température favorise cette imprégnation et, en pratique, il est possible de choisir une température d'imprégnation comprise entre 40° C et 60° C.

Les conditions générales de mise en oeuvre du vapocraquage sont en elles-mêmes connues : celui-ci est avantageusement effectué en réalisant en enceinte fermée une montée en pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée, par introduction d'une vapeur saturée à une pression sensiblement comprise entre 12 et 22 bars ($12 \cdot 10^5$ et $22 \cdot 10^5$ pascals), et à une température sensiblement comprise entre 140 °C et 230 °C, puis après un temps de cuisson, en décompressant le milieu pour le ramener à la pression atmosphérique en moins

de 5 secondes.

Le temps de vapocraquage (montée en température et en pression, cuisson, détente) est de préférence ajusté entre sensiblement 4 et 8 minutes, ce qui 5 permet un bon défibrage sans dégradation sensible des fibres.

Selon un mode de mise en oeuvre préféré, préalablement au vapocraquage, on réalise un préchauffage de la matière imprégnée pour l'amener à une température 10 comprise entre 60° et 100° C, ledit préchauffage étant combiné à une opération d'homogénéisation mécanique. Le vapocraquage s'effectue ensuite dans des conditions optimales (meilleure productivité).

L'invention s'étend aux pâtes à papier 15 fabriquées à partir de plantes annuelles par mise en oeuvre du procédé défini précédemment ; ces pâtes à papier peuvent être caractérisées par :

- une longueur de rupture sensiblement comprise entre 5 500 m et 9 000 m,
- 20 - un indice d'éclatement sensiblement compris entre 2,5 et 5 Kpa m^2/g ,
- un indice de déchirure sensiblement compris entre 3,7 et 7 $m N.m^2/g$,
- un indice CMT (Concora Medium Test)
- 25 sensiblement compris entre 1,5 et 2,5 $N.m^2/g$,
- et une répartition pondérale suivante de la cellulose, des hémicelluloses et des lignines : cellulose entre 55 % et 80 %, hémicelluloses entre 10 % et 20 %, et lignines entre 7 % et 14 %.

30 La longueur de rupture est mesurée selon la norme NFQ 03002, l'indice d'éclatement selon la norme NFQ 03053, l'indice de déchirure selon la norme NFQ 03011 et l'indice CMT selon la norme NFQ 03044.

Le procédé de l'invention est illustré par 35 les exemples qui suivent, pour lesquels le vapocraquage a été mis en oeuvre dans une installation de type de celle représentée en coupe schématique à la figure unique des dessins.

Le protocole mis en oeuvre dans les exemples est le suivant :

La matière première lignocellulosique est d'abord débarrassée des éléments étrangers indésirables 5 (poussière, sable, terre, feuilles...) par des procédés traditionnels. Elle est ensuite hachée en brins de 0,5 à 15 cm au moyen d'une ensileuse 12 couteaux.

L'étape d'imprégnation est effectuée par immersion totale de la matière première dans une solution 10 aqueuse de soude à une température de 40° C. Le taux de soude fixé et le taux d'hydratation sont ajustés par réglage des paramètres suivants : concentration de la solution en soude, durée du trempage, mode d'agitation et d'égouttage (l'égouttage étant réalisé par des presses à 15 vis).

La matière première imprégnée est ensuite introduite dans un mélangeur/préchauffeur tel que symbolisé en 1 à la figure des dessins. Dans ce dispositif, la matière est chauffée à une température d'environ 90° C par 20 admission de vapeur à 3 bars ; la durée de séjour de la matière est de 10 minutes.

La matière imprégnée, homogénéisée et préchauffée est ensuite introduite dans un réacteur de vapocraquage 2.

25 La première phase du vapocraquage consiste en une mise en pression de vapeur saturée du réacteur et une montée en température des matières. Cette phase est de courte durée (de l'ordre de 1 à 2 minutes) grâce à l'utilisation d'une chaudière à fort débit de vapeur.

30 Lorsque la pression désirée est atteinte, la phase suivante du vapocraquage est réalisée ; elle consiste en une cuisson isotherme et isobare des matières. Le maintien en pression et en température est réalisé grâce à une boucle de régulation 3 qui alimente le réacteur en 35 vapeur au fur et à mesure que la vapeur du réacteur se condense.

La dernière phase est la phase de détente brusque et est opérée en ouvrant brusquement une vanne de

purge 4 située au pied du réacteur. Sous l'effet de la brusque détente, l'eau sous pression condensée dans le végétal se transforme en vapeur et libère l'énergie nécessaire au défibrage de la matière végétale.

5 Après l'opération de vapocraquage, un cyclone 5 permet de séparer et de récupérer la phase aqueuse et solide (sortie 6) de la phase gazeuse générée lors de l'explosion (sortie 7).

10 5 exemples ont été mis en oeuvre avec des pailles de céréales, respectivement blé (exemple 1), triticale (exemple 2), seigle (exemple 3), avoine (exemple 4), orge de printemps (exemple 5).

15 Les caractéristiques mécaniques papetières obtenues ont été mesurées après mise en formettes des pâtes selon les normes suivantes :

- Grammage : NF Q 03 019
- Epaisseur : NF Q 03016
- Résistance à la traction et allongement :

NF Q 03 002

20

- Résistance au déchirement : NF Q 03 011
- Résistance à l'éclatement : NF Q 03 053
- Résistance à la compression à plat ou

CMT : NF Q 03 044

- Ring Crush Test ou RCT : TAPPI T822 om 87

25 Les tableaux ci-après résument les conditions opératoires et les résultats obtenus.

	EXEMPLE 1	EXEMPLE 2	EXEMPLE 3	EXEMPLE 4	EXEMPLE 5
Poids de matière sèche traitée (kg)	393,9	44,8	46,7	45,9	36
IMPRÉGNACTION					
Volume de solution (l)	3 218	1 000	1 000	1 000	1 000
Concentration en soude de la solution avant trempage (g/l)	9,7	10,4	5,6	9,2	10,2
Durée du trempage (min.)	30	40	30	30	30
Volume de solution restante après trempage et égouttage (l)	1 919	870	880	850	850
Concentration en soude de la solution après trempage et égouttage (g/l)	3,1	9,5	4,4	8,8	9,1
Taux de soude fixe (%) pondéral	6	4,6	3,6	3,8	6,7
Taux d'hydratation (%) pondéral	76,7	74,4	72,0	76,6	80,6
HOMOGÉNÉISATION PRECHAUFFAGE					
Taux de matière sèche du végétal après homogénéisation (%) pondéral	20,5	22,2	23,4	19,5	16,4
VAPOCRAQUAGE					
Pression de cuisson (Bar)	19	1,9	16	17,5	17,5
Température de cuisson (°C)	212	212	204	208	208
Durée de montée en pression (sec)	100	106	93	59	51
Durée de cuisson (sec)	330	270	300	330	360

RÉSULTATS ET CARACTÉRISTIQUES	EXEMPLE 1	EXEMPLE 2	EXEMPLE 3	EXEMPLE 4	EXEMPLE 5
Rendement global de récupération de pâte en matière sèche après lavage, raffinage, classage, épuration (%) pondéral	92,7	83,8	81,7	92,7	94,2
Rendement global de récupération de pâte en matière sèche (%) pondéral	65,00	66,5	70,27	70,15	62,5
Refus de classage (%)	0,3	0,5	1,2	4,9	2,1
Indice d'égouttage après classage (°SR)	-	-	-	39	41
Indice d'égouttage après raffinage (°SR)	32,5	45	45	38	53
Grammage (g/m ²)	111,6	104,4	106,5	111,7	114,8
Epaisseur (1/1000 mm)	151	158	177	149	142
Volume massique (cm ³ /g)	1,35	1,51	1,67	1,34	1,24
Longueur de rupture (m)	8 083	6 690	5 530	7 500	7 740
Allongement (%)	-	2,99	3,00	3,34	2,99
Indice d'éclatement (kPa m ² /g)	4,78	3,9	3,2	4,59	4,61
Indice de déchirure (mNm ² /g)	4,38	5,3	5,6	6,35	3,83
RCT (N) « Ring Crush Test »	-	148	161	182	172
Indice CMT (Nm ² /g)	2,00	1,68	1,51	1,55	1,61
Rigidité KODAK (mN.m)	0,82				
SCT (nN/m)	4,10				

L'analyse des constituants de la pâte obtenue à l'exemple 1 a donné les résultats suivants (répartition pondérale) :

- 5 - cellulose : 58,4 %
 - hémicelluloses : 17,3 %
 - lignines : 10,5 %

REVENDICATIONS

1/ - Procédé de fabrication de pâte à papier, caractérisé en ce que :

- on imprègne une matière première lignocellulosique à base de plantes annuelles, ou pérennes ou de résidus de ces plantes au moyen d'une solution aqueuse de soude de façon que la proportion pondérale de soude contenue dans ladite matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 3 % et 10 % rapportée à la matière sèche et que le taux pondéral d'hydratation de ladite matière cellulosique après imprégnation soit au moins égal à sensiblement 40 %,

- on soumet ensuite la matière lignocellulosique ainsi imprégnée à un vapocraquage, en réalisant une mise en pression de celle-ci à la vapeur saturée suivie d'une détente brutale,

- et on sépare la fraction solide constituant la pâte à papier, de la phase aqueuse et des produits hydrosolubles.

20 2/ - Procédé selon la revendication 1, dans lequel on réalise un hachage préalable de la matière lignocellulosique de façon à la réduire en fragments de longueur sensiblement comprise entre 0,5 et 15 centimètres.

3/ - Procédé selon l'une des revendications 25 1 ou 2, caractérisé en ce que l'imprégnation est réalisée de façon que la proportion pondérale de soude dans la matière lignocellulosique soit sensiblement comprise entre 4 % et 8 % et son taux d'hydratation sensiblement compris entre 55% et 85 %.

30 4/ - Procédé selon l'une des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'imprégnation est réalisée par immersion de durée comprise entre 10 et 30 minutes, en utilisant une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 5 et 15 g/l, avec 35 un hydrovolume (poids de solution /poids sec de matière lignocellulosique) sensiblement compris entre 8 et 20.

5/ - Procédé selon l'une des revendications 1, 2 ou 3, caractérisé en ce que l'imprégnation est

réalisée par pulvérisation sur la matière première cellulosique d'une solution aqueuse de soude de concentration sensiblement comprise entre 10 et 25 g/l en quantité appropriée pour atteindre la proportion pondérale 5 et le taux d'hydratation précités, la matière lignocellulosique subissant un malaxage au cours de ladite pulvérisation.

6/ - Procédé selon l'une des revendications 1, 2, 3, 4, 5, caractérisé en ce qu'on effectue 10 l'imprégnation au moyen d'une solution aqueuse de soude à une température comprise entre 40° C et 60° C.

7/ - Procédé selon l'une des revendications 1, 2, 3, 4, 5 ou 6, dans lequel le vapocraquage est effectué en réalisant en enceinte fermée une montée en 15 pression et en température de la matière lignocellulosique imprégnée, par introduction d'une vapeur saturée à une pression sensiblement comprise entre 12 et 22 bars ($12 \cdot 10^5$ et $22 \cdot 10^5$ pascals), et à une température sensiblement comprise entre 140 °C et 230 °C, puis après un temps de 20 cuisson, en décompressant le milieu pour le ramener à la pression atmosphérique en moins de 5 secondes.

8/ - Procédé selon la revendication 7, caractérisé en ce que le vapocraquage de la matière lignocellulosique imprégnée (montée en température et en 25 pression, cuisson, détente) est réalisé en un temps sensiblement compris entre 4 et 8 minutes.

9/ - Procédé selon l'une des revendications 7 ou 8, caractérisé en ce que, préalablement au vapocraquage, on réalise un préchauffage de la matière 30 imprégnée pour l'amener à une température comprise entre 60° et 100° C, ledit préchauffage étant combiné à une opération d'homogénéisation mécanique.

10/ - Procédé selon l'une des revendications 1 à 9, dans lequel on utilise comme matière 35 première lignocellulosique des plantes, partie de plantes ou mélanges de plantes du groupe suivant :

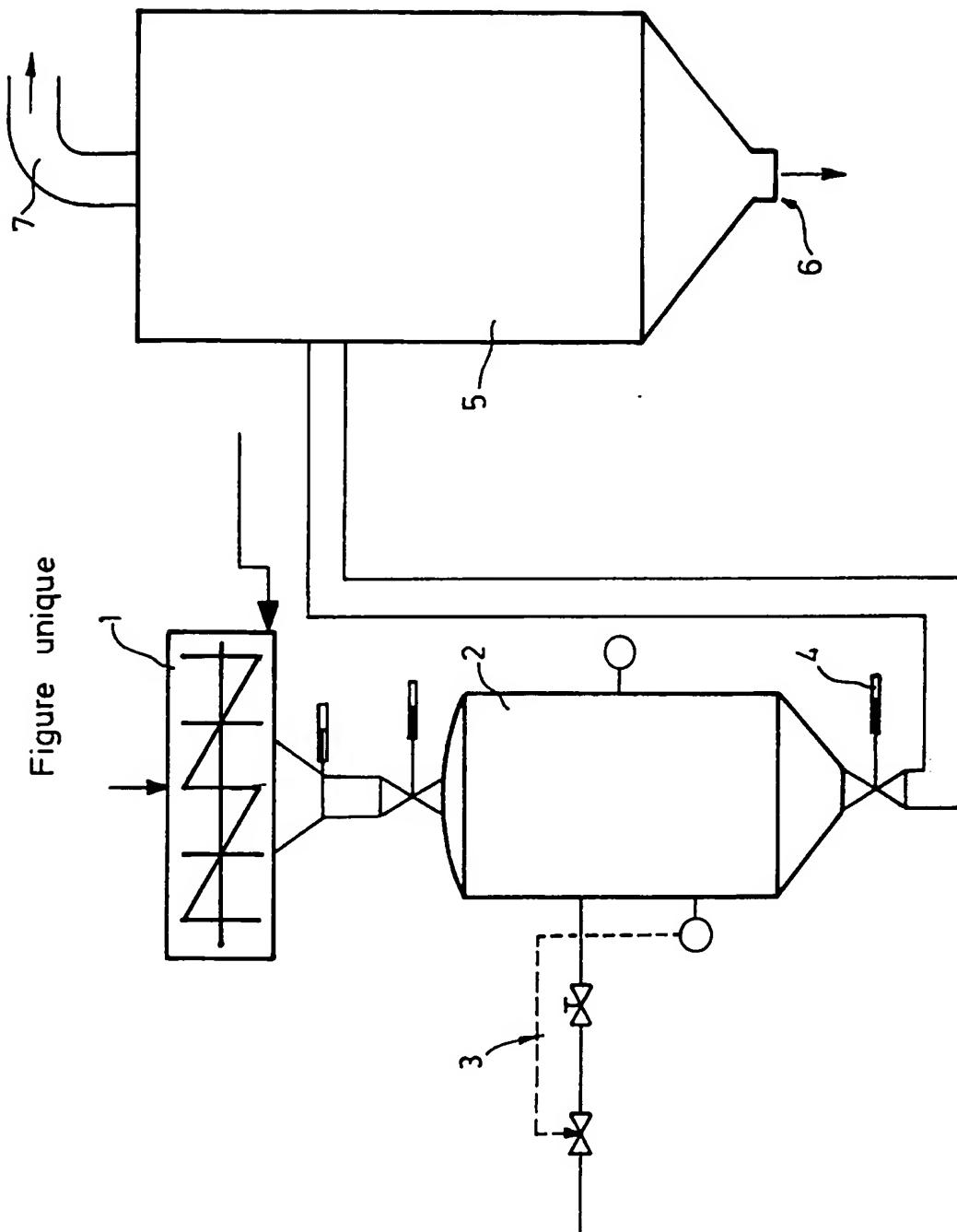
- plantes annuelles (coton, chanvre, lin...),

- pailles de céréales (blé, orge, seigle, avoine, triticale, riz...),
- plantes pérennes (bamboo, roseau, sisal, feuillu, résineux ...),
- 5 - résidus agricoles (bagasse de canne à sucre, bagasse de sorgho sucrier...).

11/ - Pâte à papier fabriquée à partir de plantes annuelles par mise en oeuvre du procédé conforme à l'une des revendications 1 à 10, combinant les 10 caractéristiques suivantes :

- une longueur de rupture sensiblement comprise entre 5 500 m et 9 000 m,
- un indice d'éclatement sensiblement compris entre 2,5 et 5 Kpa m^2/g ,
- 15 - un indice de déchirure sensiblement compris entre 3,7 et 7 N. m^2/g ,
- un indice CMT (Concora Medium Test) sensiblement compris entre 1,5 et 2,5 N. m^2/g ,
- et une répartition pondérale suivante de 20 la cellulose, des hémicelluloses et des lignines : cellulose entre 55 % et 80 %, hémicelluloses entre 10 % et 20 %, et lignines entre 7 % et 14 %.

1/1



REPUBLIQUE FRANÇAISE

INSTITUT NATIONAL
de la
PROPRIETE INDUSTRIELLE

RAPPORT DE RECHERCHE
PRELIMINAIRE

établi sur la base des dernières revendications
déposées avant le commencement de la recherche

2743579
N° d'enregistrement
national

FA 523769
FR 9600760

DOCUMENTS CONSIDERES COMME PERTINENTS		Revendications concernées de la demande examinée				
Catégorie	Citation du document avec indication, en cas de besoin, des parties pertinentes					
Y	<p>TAPPI JOURNAL, vol. 64, no. 7, Juillet 1981, ATLANTA US, pages 93-96, XP002014831</p> <p>MAMERS, H. ET AL.: "Explosion pulping of bagasse and wheat straw" * page 94; tableau II *</p> <p>---</p>	1,3,6-11				
Y	<p>US-A-4 798 651 (KOKTA BOHUSLAV) 17 Janvier 1989 * colonne 4, ligne 14 - ligne 32 *</p> <p>-----</p>	1,3,6-11				
DOMAINES TECHNIQUES RECHERCHES (Int.CL.6)						
D21B D21C						
<p>1</p> <table border="1" style="width: 100%; border-collapse: collapse;"> <tr> <td style="width: 50%;">Date d'achèvement de la recherche</td> <td style="width: 50%;">Examinateur</td> </tr> <tr> <td style="text-align: center;">1 Octobre 1996</td> <td style="text-align: center;">Bernardo Noriega, F</td> </tr> </table> <p>CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES</p> <p>X : particulièrement pertinent à lui seul Y : particulièrement pertinent en combinaison avec un autre document de la même catégorie A : pertinent à l'encontre d'un moins une revendication ou arrière-plan technologique général O : divulgation non écrite P : document intercalaire</p> <p>T : théorie ou principe à la base de l'invention E : document de brevet bénéficiant d'une date antérieure à la date de dépôt et qui n'a été publié qu'à cette date de dépôt ou qu'à une date postérieure. D : cité dans la demande L : cité pour d'autres raisons & : membre de la même famille, document correspondant</p>			Date d'achèvement de la recherche	Examinateur	1 Octobre 1996	Bernardo Noriega, F
Date d'achèvement de la recherche	Examinateur					
1 Octobre 1996	Bernardo Noriega, F					